

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the application of:

Toshinori MARUTSUKA

Serial Number: Not Yet Assigned

Filed: March 7, 2002

For: NEAR INFRARED-CUTTING MATERIAL AND PROCESS FOR PRODUCTION THEREOF

CLAIM TO PRIORITY UNDER 35 U.S.C. § 119

Assistant Commissioner
for Patents
Washington, D.C. 20231

March 7, 2002

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application is hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2001-071747, filed March 14, 2001


In support of this claim, the requisite certified copy of said original foreign application is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicant has complied with the requirements of 35 U.S.C. § 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

In the event any fees are required, please charge our Deposit Account No. 111833.

Respectfully submitted,

KUBOVCIK & KUBOVCIK


Keiko Tanaka Kubovcik
Reg. No. 40,428

Atty. Case No. K&Y-169
The Farragut Building
Suite 710
900 17th Street, N.W.
Washington, D.C. 20006
Tel: (202) 887-9023
Fax: (202) 887-9093

KTK/cfm

10/091522
03/07/02

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

JC979 U.S. PRO
10/091522
03/07/02

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。 #2

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出願年月日
Date of Application:

2001年 3月14日

出願番号
Application Number:

特願2001-071747

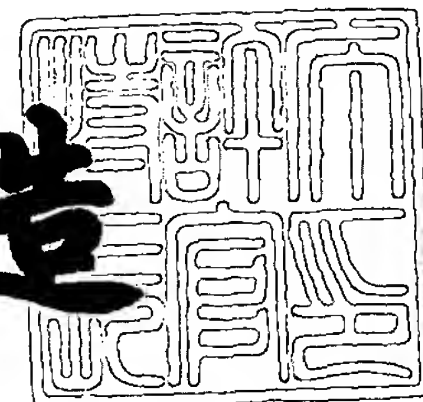
出願人
Applicant(s):

日清紡績株式会社

2001年11月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3105444

【書類名】 特許願

【整理番号】 P01005K

【提出日】 平成13年 3月14日

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市緑区大野台 1 - 2 - 3 日清紡績株式会社
研究開発センター内

【氏名】 丸塚 利徳

【特許出願人】

【識別番号】 000004374

【氏名又は名称】 日清紡績株式会社

【代表者】 指田 禎一

【代理人】

【識別番号】 100091247

【弁理士】

【氏名又は名称】 小林 雅人

【電話番号】 03-3266-0655

【代理人】

【識別番号】 100091258

【弁理士】

【氏名又は名称】 吉村 直樹

【電話番号】 03-3266-0655

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 054830

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9104379

【包括委任状番号】 9104380

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 近赤外線カット材料及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素と 550～620 nm に極大吸収波長を有する色素とを含有する透明樹脂塗膜を積層してなると共に、前記透明樹脂塗膜中の残存溶媒量が、5 重量 ppm 以上且つ 500 重量 ppm 未満であることを特徴とする近赤外線カット材料。

【請求項 2】 透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素を含有する透明樹脂塗膜と、少なくとも 550～620 nm に極大吸収波長を有する色素を含有する透明樹脂接着剤層とを、該透明接着剤層が最外層となるように積層してなると共に、前記透明樹脂塗膜及び／又は透明樹脂接着剤層中の残存溶媒量が、5 重量 ppm 以上且つ 500 重量 ppm 未満であることを特徴とする近赤外線カット材料。

【請求項 3】 透明樹脂塗膜用の樹脂が、ポリカーボネート及び／又はポリアリレートであることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の近赤外線カット材料。

【請求項 4】 近赤外線吸収色素が、ジチオール金属錯体系化合物及び／又はジイモニウム系化合物であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の近赤外線カット材料。

【請求項 5】 550～620 nm に極大吸収波長を有する色素が、シアニン系化合物であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の近赤外線カット材料。

【請求項 6】 透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素と 550～620 nm に極大吸収波長を有する色素とを溶解含有する透明樹脂溶液を塗布し、該塗膜中の残存溶媒量が 3 重量％以下になるまで常圧乾燥した後、5 重量 ppm 以上且つ 500 重量 ppm 未満になるまで減圧乾燥することを特徴とする近赤外線カット材料の製造方法。

【請求項 7】 減圧乾燥時の圧力が $10^{-5} \sim 10^4$ Pa で、温度が常圧乾燥時の温度より 5～150℃低いことを特徴とする請求項 5 に記載の近赤外線カ

ット材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電磁波シールド材料や反射防止材料等の機能材料と積層、複合化されて、プラズマディスプレイパネル（PDP）等のディスプレイ装置の前面フィルターとして使用される近赤外線カット材料及びその製造方法に関するものであり、更に詳しくは、近赤外線吸収色素等を含有する樹脂塗膜中の残存溶媒量を極少に制御することにより、高温下における前記樹脂塗膜中の近赤外線吸収色素等の長期安定性を大幅に改良した近赤外線カット材料及びその製造方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

従来より、（１）近赤外線吸収色素をバインダー樹脂に分散した組成物を基材上へ積層して形成される近赤外線吸収フィルターであって、前記積層物中の残留溶剂量が５．０重量％以下、更に具体的には０．０５～３．０重量％である近赤外線吸収フィルター（特開２０００－２２７５１５号公報参照）や、（２）透明な高分子樹脂中に近赤外線吸収能を有する色素を分散し、溶融押出し法により作製した吸収層と、近赤外線遮蔽効果及び／又は電磁波遮蔽効果のある電磁波遮蔽層を貼り合せて作製した近赤外線吸収パネル（特開平９－３３０６１２号公報参照）等が知られている。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記（１）の近赤外線吸収フィルターにおいては、上記公報に記載されているように、残留溶剂量を０．０５重量％未満とすることにより、高温高湿下に長時間放置した場合の近赤外線の変性は小さくなるが、一方で、０．０５重量％未満とするために加えられる熱によって近赤外線吸収色素が変性しやすくなることがわかっている。換言すると、前記近赤外線吸収色素をバインダー樹脂に分散した組成物を塗布後に乾燥して得られる成型体における樹脂塗膜中の

色素の安定性は、残留溶剂量が少ないほど高く、この点では残留溶剂量を限りなく少なくする（0.05重量%未満にする）ことが望ましいが、常圧下での組成物の塗布後の乾燥時における近赤外線吸収色素の熱的劣化が著しいという難点がある。

【0004】

このため、上記（1）の近赤外線吸収フィルターでは、色素の分解により成型体の樹脂塗膜中の近赤外線吸収性能が低下し、又、色相も変わってしまうため、乾燥温度を上げたり乾燥時間を延ばすことにより残留溶剂量を0.05重量%未満にすることができないばかりか、色素単独の近赤外線吸収性能がいくら高くても、耐熱性が低い色素は使用することができず、色素の選定範囲が極めて狭いという問題がある。

【0005】

又、上記（2）の近赤外線吸収パネルにおいては、常圧下での溶融押出しによる成型時の近赤外線吸収能色素の熱的劣化が著しく、この色素の分解により得られたパネルの近赤外線吸収性能が低下し、又、色相も変わってしまうため、上記（1）の近赤外線吸収フィルターと異なって溶剤を含まないためにパネル中の色素の安定性が高くなるという利点が生かされていない。

【0006】

又、上記（2）の近赤外線吸収パネルでは、色素の均一分散が容易でなく、パネルの色や近赤外線吸収性能がムラになりやすいばかりか、常圧下での溶融押出しは通常、例えば240℃という高温で行われるため、上記（1）の近赤外線吸収フィルターと同様、色素単独の近赤外線吸収性能がいくら高くても、耐熱性が低い色素は使用することができず、色素の選定範囲が極めて狭いという問題がある。

【0007】

本発明は、上記のような従来技術の難点を解消し、近赤外線吸収色素等を含有する樹脂塗膜中の残存溶媒量を極少に制御することにより、高温下における前記樹脂塗膜中の近赤外線吸収色素等の長期安定性を大幅に改良した近赤外線カット材料及びその製造方法を提供することを目的としてなされたものである。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために本発明が採用した近赤外線カット材料の構成は、透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素と 5 5 0 ~ 6 2 0 n m に極大吸収波長を有する色素とを含有する透明樹脂塗膜を積層してなると共に、前記透明樹脂塗膜中の残存溶媒量が、5 重量 p p m 以上且つ 5 0 0 重量 p p m 未満であることを特徴とするか、或いは、透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素を含有する透明樹脂塗膜と、少なくとも 5 5 0 ~ 6 2 0 n m に極大吸収波長を有する色素を含有する透明樹脂接着剤層とを、該透明接着剤層が最外層となるように積層してなると共に、前記透明樹脂塗膜及び／又は透明樹脂接着剤層中の残存溶媒量が、5 重量 p p m 以上且つ 5 0 0 重量 p p m 未満であることを特徴とするものである。

【 0 0 0 9 】

又、上記目的を達成するために本発明が採用した近赤外線カット材料の製造方法の構成は、透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素と 5 5 0 ~ 6 2 0 n m に極大吸収波長を有する色素とを溶解含有する透明樹脂溶液を塗布し、該塗膜中の残存溶媒量が 3 重量 % 以下になるまで常圧乾燥した後、5 重量 p p m 以上且つ 5 0 . 0 重量 p p m 未満になるまで減圧乾燥することを特徴とするものである。

【 0 0 1 0 】

【発明の実施の形態】

以下に本発明を詳細に説明する。

【 0 0 1 1 】

本発明で使用する透明基材としては、透明性がある塗布工程及び乾燥工程からなる塗膜形成工程に耐えうる耐熱性や機械的強度があれば、種類、厚さ、形状等は特に限定されず、例えば、ガラス板、プラスチックフィルム、プラスチックシート、プラスチック板等を、具体的には、強化ガラス板、ポリエチレンテレフタレート（P E T）フィルム、ポリカーボネート（P C）フィルム、トリアセチルセルロース（T A C）フィルム、アクリル樹脂板、ポリカーボネート板、オレフィンマレイミド（共重合体）系樹脂板、ノルボルネン系樹脂板等を挙げるこ

とができる。

【 0 0 1 2 】

又、本発明で使用する透明樹脂塗膜用の樹脂としては、透明性がある樹脂溶液及び樹脂塗膜中に色素を均一に分散又は溶解できるものであれば、種類等は特に限定されず、例えば、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリカルボジイミド、エポキシ樹脂、ポリビニルアセタール、アクリル樹脂、ポリエステル等の1種或いは2種以上の混合物を挙げることができる。樹脂としての形状も特に限定されず、例えば粉末状であってもペレット状であっても或いはこれら以外の形状であっても、差し支えない。

【 0 0 1 3 】

更に、本発明で使用する透明樹脂接着剤層用の樹脂としては、透明性及び接着性がある樹脂溶液及び樹脂塗膜中に色素を均一に分散又は溶解できるものであれば、種類等は特に限定されず、例えば、ポリカルボジイミド、エポキシ樹脂、ポリビニルアセタール、アクリル樹脂、ポリエステル等の1種或いは2種以上の混合物を挙げることができ、中でもアクリル樹脂、ポリカルボジイミド、エポキシ樹脂等の1種或いは2種以上の混合物が好ましい。樹脂としての形状も特に限定されず、例えば粉末状であってもペレット状であっても或いはこれら以外の形状であっても、差し支えない。

【 0 0 1 4 】

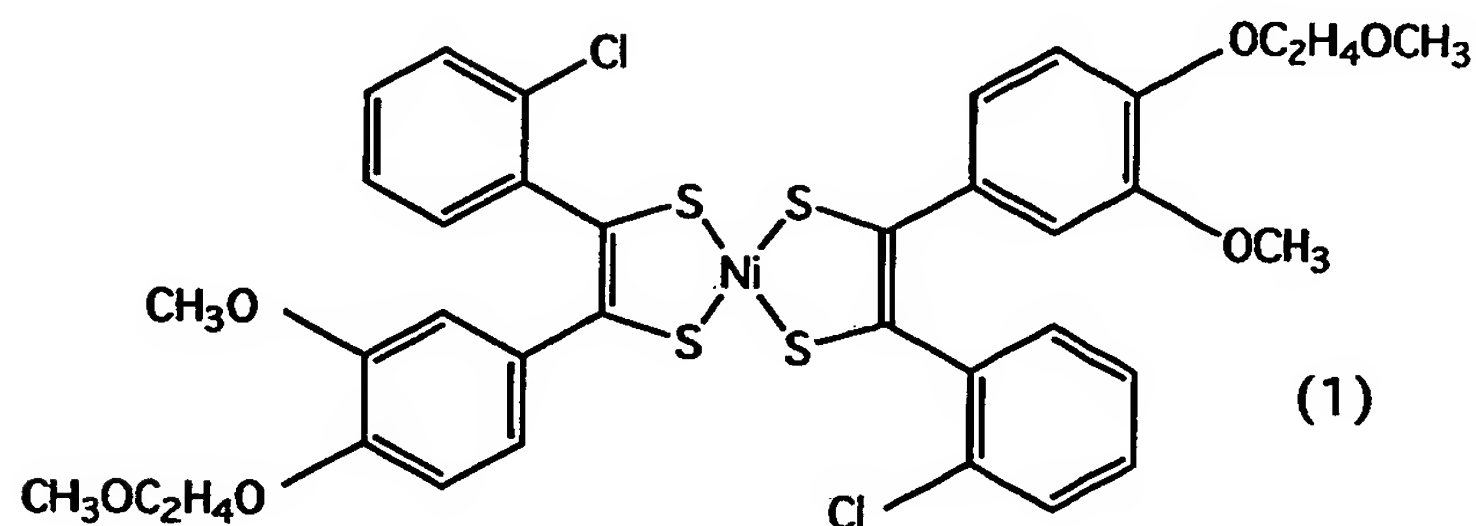
本発明では、上記透明樹脂塗膜用の樹脂や透明樹脂接着剤層用の樹脂に種々の添加剤を添加して透明樹脂溶液とし、この透明樹脂溶液を前記透明基材上に塗布して前記透明樹脂塗膜や透明樹脂接着剤層を積層する。

【 0 0 1 5 】

上記添加剤としては、まず、近赤外線吸収色素を挙げることができ、この近赤外線吸収色素としては、800～1200nmに極大吸収波長を有する色素であって、透明樹脂溶液、透明樹脂塗膜や透明接着剤層中に均一に分散又は溶解するものであれば特に限定されず、例えば、ジチオール金属錯体系、ジイモニウム系、フタロシアニン系、ナフタロシアニン系、アゾ系、ポリメチン系、アントラキノ系等の化合物の1種或いは2種以上の混合物を、好ましくはジチオール金属

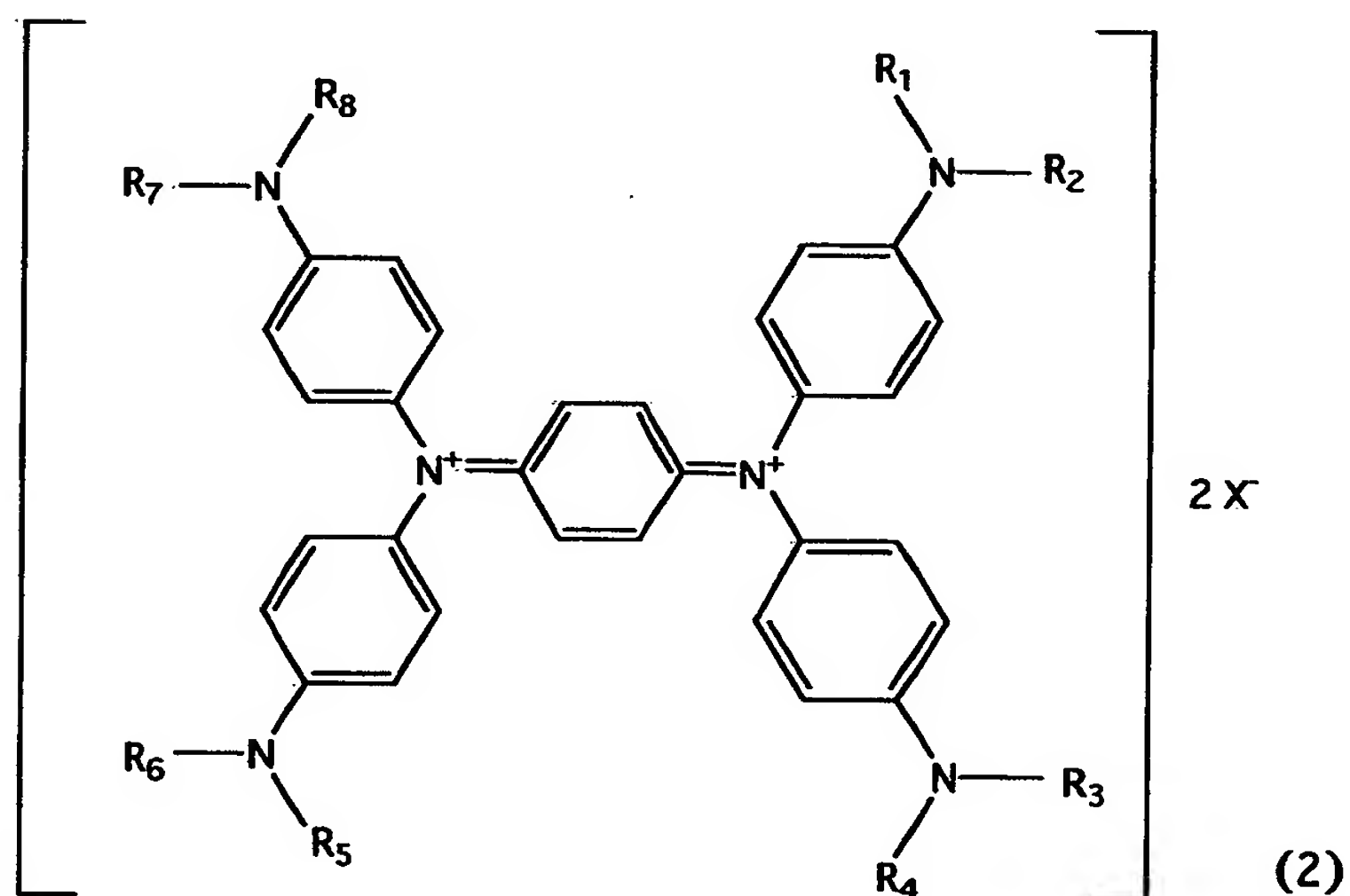
錯体系化合物又はジイモニウム系化合物の1種或いは2種以上の混合物を、更に好ましくは式(1)

【化1】



で表されるジチオール金属錯体系化合物、式(2)

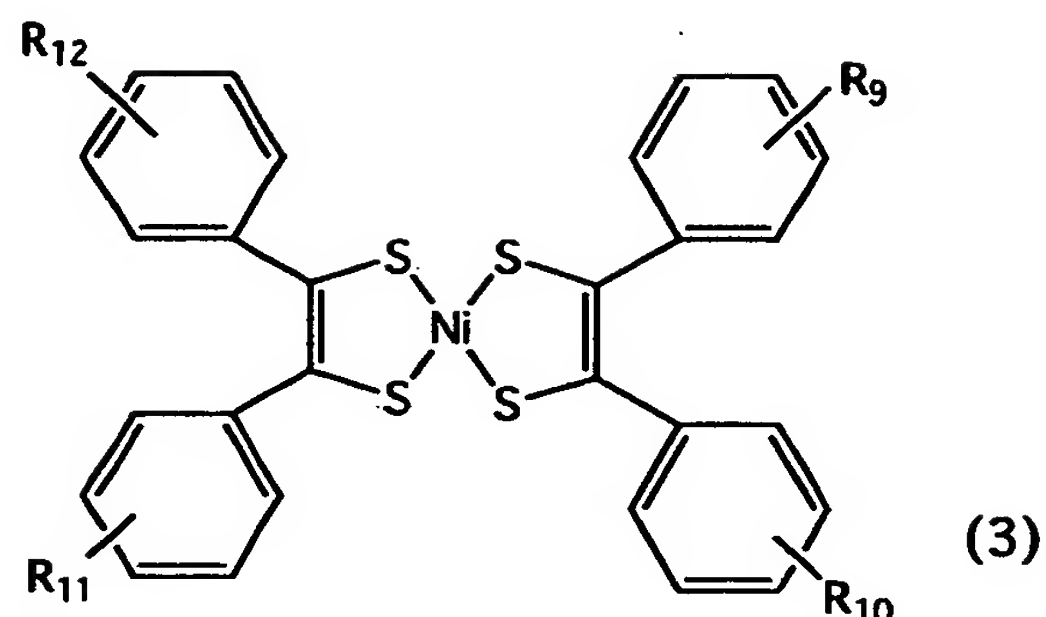
【化2】



(式中、 R_1 乃至 R_8 は互いに同一或いは相異なる水素、アルキル基、アリール基、アルコキシ基、フェノキシ基、ヒドロキシ基であり、 X^- はハロゲンアニオン、過塩素酸アニオン、6フッ化アンチモンアニオン又は硝酸アニオンで代表される陰イオンである。)

で表されるジイモニウム系化合物、又は、式(3)

【化 3】



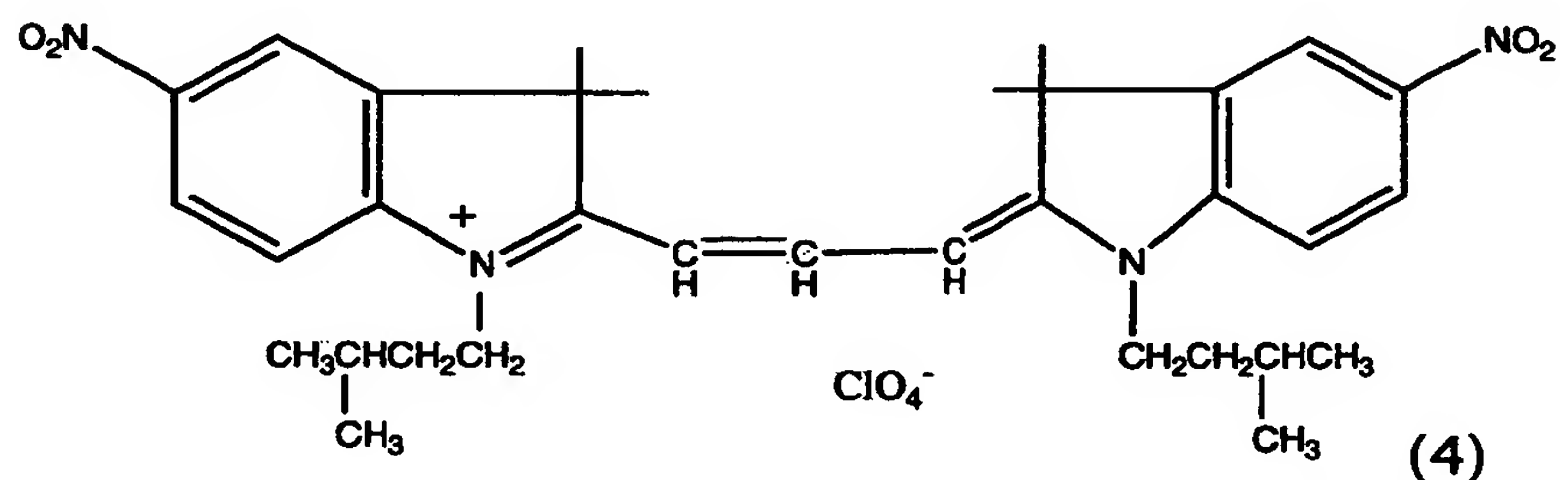
(式中、 $R_9 \sim R_{12}$ は互いに同一或いは相異なる炭素数が1から4のアルキレン基、アリール基、アラルキル基、アミノアルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子又は水素を表す。)

で表されるジチオール金属錯体系化合物の1種或いは2種以上の混合物を挙げることができる。

【0016】

上記添加剤としては、次いで、550～620 nmに極大吸収波長を有する色素挙げることができ、この色素としては、550～620 nm、即ち、ネオン光を含むオレンジ光領域に極大吸収波長を有する色素であって、透明樹脂溶液、透明樹脂塗膜や透明接着剤層中に均一に分散又は溶解するものであれば特に限定されず、例えば、シアニン系、スクアリウム系、アゾメチン系、キサントゲン系、オキソノール系、アゾ系等の化合物を、好ましくはシアニン系化合物を、更に好ましくは式(4)

【化 4】



で表されるシアニン系化合物等を挙げることができる。

【 0 0 1 7 】

又、その他の添加物として、色補正用色素（染料・顔料）、紫外線吸収物質、架橋剤、酸化防止剤、重合遅延剤等を透明樹脂溶液、透明樹脂塗膜や透明接着剤層中へ必要に応じて添加することもできる。尚、上記色補正用色素の種類は特に限定されないが、フタロシアニン系化合物等が好ましい。

【 0 0 1 8 】

更に、透明樹脂溶液、透明樹脂塗膜や透明接着剤層の透明性が損なわれない範囲で、透明樹脂塗膜又は透明接着剤層の応力緩和、硬度調整、防眩性付与或いは導電性付与等を図るために、有機、無機や金属の粒子を分散することも可能である。

【 0 0 1 9 】

尚、本発明の近赤外線カット材料は、あくまでも近赤外線カットを主機能とするものであり、一般的には、少品種を大量生産する場合は、透明樹脂塗膜に必要とする全機能、即ち主機能及び主機能以外の機能（例えば、オレンジ光カットや色補正機能等）を持たせることが有利であるが、多品種を少量生産する場合には、透明樹脂塗膜上に透明接着剤層を設け、透明樹脂塗膜に主機能のみ持たせ、透明接着剤層に主機能以外の機能を持たせることが有利である。但し、透明樹脂塗膜の色素含有量の上限が低い場合等、必要に応じて、例えばオレンジ光領域に極大吸収波長を有する色素を透明樹脂塗膜及び透明接着剤層中に適当な割合で添加しても差し支えない。

【 0 0 2 0 】

一方、本発明の透明樹脂溶液で使用する溶媒としては、樹脂を溶解し、添加剤（色素等）を均一に分散又は溶解できるものであれば、種類・沸点等は特に限定されず、例えば、テトラヒドロフラン（THF）、ジエチルエーテル、1，4－ジオキサン、1，3－ジオキソラン、クロロホルム、ジクロロメタン（塩化メチレン）、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸ブチルメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ジメチルホルムアミド（DMF）、ジメチルスルフォキシド（DMSO）、N－メチルピロリドン（NMP）、アセトン、メチルエチルケト

ン (MEK) 等の 1 種或いは 2 種以上の混合物を挙げることができる。

【 0 0 2 1 】

本発明では、以上のような成分を使用して、まず透明樹脂塗膜又は透明接着剤層用の透明樹脂溶液を製造するのであり、この透明樹脂溶液調製方法や条件は特に限定されないが、通常、イ) 樹脂、色素、溶媒を混合、ロ) 樹脂溶液と色素を混合、ハ) 樹脂と色素溶液 (又は分散液) を混合、ニ) 樹脂溶液と色素溶液 (又は分散液) を混合する等して、均一に溶解又は分散すればよく、色素及び樹脂濃度や作業効率を考慮して適宜選択すればよい。通常は常温下で均一溶液 (又は分散液) となるまで混合するが、色素が分解しない範囲であれば加熱しながら混合してもよい。

【 0 0 2 2 】

又、上記透明樹脂溶液における色素及び樹脂濃度については、均一溶液 (又は分散液) であれば、特に限定されない。

【 0 0 2 3 】

本発明では次いで、上記透明樹脂溶液を透明基材上に塗布し、乾燥することにより、透明樹脂塗膜又は透明接着剤層を形成するのであり、この塗布は、透明樹脂溶液を、ディップコート、スピンコート、ダイコート、バーコート、ロールコート、スプレーコート等、通常の塗布方法によって行うことができる。

【 0 0 2 4 】

上記透明樹脂溶液を透明基材上に塗布した後、残存溶媒量が 3 重量%以下になるまで常圧下で乾燥 (第 1 段階) し、続いて残存溶媒量が 5 重量 ppm 以上且つ 500 重量 ppm 未満になるまで減圧下で乾燥 (第 2 段階) する。

【 0 0 2 5 】

常圧下での乾燥 (第 1 段階) における温度・時間等は、色素が分解されない範囲であれば、特に限定されず、一方、減圧下での乾燥 (第 2 段階) における圧力は、例えば $10^{-5} \sim 10^4$ Pa、好ましくは $10^{-4} \sim 10^3$ Pa という範囲を挙げることができる。尚、この圧力が 10^{-5} Pa 未満では設備が大掛りとなってコスト高につながり、 10^4 Pa を超える場合は残存溶媒量を 500 重量 ppm 未満とすることが容易でなくなり、いずれも好ましくない。

【 0 0 2 6 】

乾燥温度を上げたり乾燥時間を延ばしたりすると、従来技術における乾燥（第 2 段階も常圧乾燥する場合）と同様に添加した色素が分解する恐れがあるので、減圧下での乾燥（第 2 段階）における温度は、常圧乾燥時の温度より例えば 5 ～ 1 5 0 ℃、好ましくは 1 0 ～ 1 0 0 ℃低いことが望ましい。尚、5 ℃未満の低い温度とした場合は、従来の乾燥時より乾燥時間も短くなるために色素は分解しづらくなるが、分解する恐れが完全になくなるわけではなく、又、1 5 0 ℃を超える低い温度では、 10^{-5} Pa の減圧下でも残存溶媒量を 5 0 0 重量 p p m 未満とすることが容易でなくなる。

【 0 0 2 7 】

乾燥して形成された透明樹脂塗膜又は透明接着剤層における色素含有量としては、十分な可視光透過率、近赤外線カット性能、オレンジ光カット性能等を同時に満たして、透明樹脂塗膜又は透明接着剤層中に均一に溶解又は分散していれば、特に限定されず、透明樹脂塗膜又は透明接着剤層が厚いほど、含有量は少なく設定できるの、通常はこれらの厚みを考慮して適宜決定する。

【 0 0 2 8 】

形成された透明樹脂塗膜又は透明接着剤層の厚みについては、特に限定されないが、上記色素含有量、樹脂溶液の性状、樹脂塗膜の欠陥（はじき、ゆず肌等）、塗膜形成品（フィルム状、板状等）の反り等を考慮して適宜選択すればよく、例えば 1 ～ 1 0 0 μ m、好ましくは 2 ～ 5 0 μ m、更に好ましくは 5 ～ 2 5 μ m という範囲を挙げることができる。尚、厚みが 1 μ m 未満では「はじき」が、1 0 0 μ m では「ゆず肌」等の欠陥が発生しやすくなる。

【 0 0 2 9 】

又、形成された透明樹脂塗膜又は透明接着剤層における残存溶媒量については、5 重量 p p m 以上且つ 5 0 0 重量 p p m 未満、好ましくは 1 0 重量 p p m 以上且つ 5 0 0 重量 p p m 未満である必要があり、5 重量 p p m 未満では、透明樹脂塗膜又は透明接着剤層中の色素の安定性が実質的に従来技術と変わらず、処理コストが嵩むだけとなり、5 0 0 重量 p p m（0. 0 5 重量%）以上では、透明樹脂塗膜又は透明接着剤層中の色素の安定性、特に長期の安定性は十分ではない。

【 0 0 3 0 】

形成された透明樹脂塗膜又は透明接着剤層における残存溶媒量の測定方法は次の通りである。即ち、正確に秤量した任意重量の試料（面状基材及び塗膜）中の残存溶媒量 A [ppm] をガスクロマトグラフにて定量し、次に任意面積の試料（面状基材及び塗膜） B [g] 中の塗膜重量 C [g] を、溶剤で塗膜を拭き取る前後の重量から算出し、最後に塗膜中の残存溶媒量 [ppm] を下記式により算出するのである。

$$\text{塗膜中の残存溶媒量 [ppm]} = A \cdot B / C$$

【 0 0 3 1 】

尚、任意面積とは、塗膜重量を正確に算出するのに十分な面積であり、塗膜厚が厚いほど狭く設定でき、又、面状も特に形は制限されないが、通常は切断方法を考慮して正方形、長方形、円形等とする。

【 0 0 3 2 】

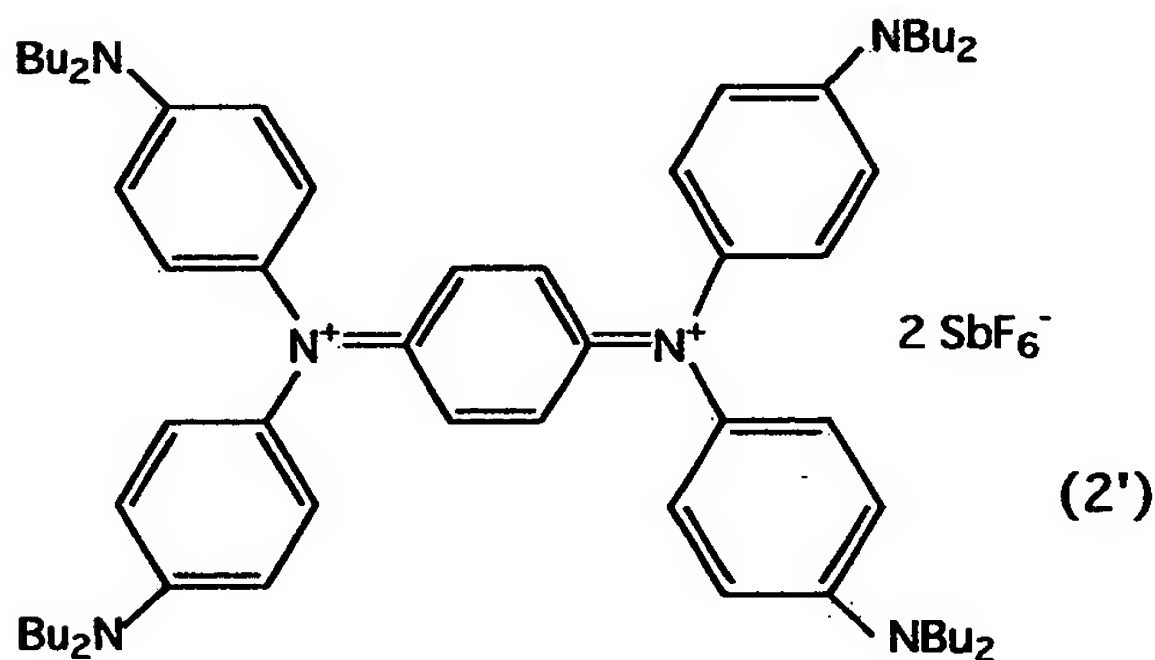
以下に本発明を実施例により更に詳細に説明する。

【 0 0 3 3 】

実施例 1

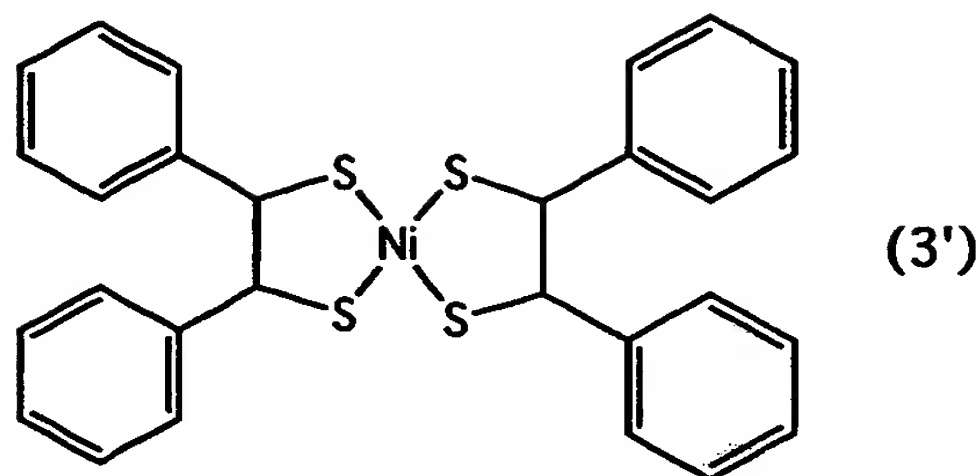
近赤外線吸収色素として前記式（1）で表されるジチオールニッケル錯体 0.07 重量部、式（2'）

【化 5】



で表されるジイモニウム化合物 0.2 重量部及び式（3'）

【化 6】



で表されるジチオールニッケル錯体 0.2 重量部、更にオレンジ光領域に極大吸収波長を有する色素として前記式 (4) で表されるシアニン化合物 0.008 重量部に対して、1,3-ジオキソラン 100 重量部を添加・混合して色素溶液とした後、ポリカーボネート 18 重量部を添加・混合し塗布液を調製した。

【0034】

この塗布液を透明基材としてのポリエステルフィルム上に、隙間 100 μm のバーコーターを用いて塗布した後、常圧下 80℃で 5 分間乾燥（第 1 段階）後、減圧 ($1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$) 下 50℃で 25 分間乾燥（第 2 段階）して、塗膜を形成し、近赤外線カット材料としてのフィルムを作製した。塗膜中残存溶媒量は、第 1 段階乾燥後が 2.5 重量%、第 2 段階乾燥後が 100 重量 ppm (0.01 重量%) であった。

【0035】

この近赤外線カットフィルムは、近赤外線カット性能等の初期性能が良好で、長期安定性も極めて良好であった。具体的には、長期耐熱 (80℃ \times 1000 時間) 試験後でも樹脂塗膜の分光特性 (近赤外線カット性能等) は不変であった。

【0036】

比較例 1

実施例 1 と同組成の塗布液を同条件で塗布後、常圧下 80℃で 30 分間乾燥して近赤外線カット材料としてのフィルムを作製した。塗膜中残存溶媒量は、0.1 重量% であった。この近赤外線カットフィルムは、近赤外線カット性能等の初期性能は実施例 1 と同様に良好であったが、長期安定性は十分ではなかった。具体的には、中期耐熱 (80℃ \times 500 時間) 試験後では樹脂塗膜の分光特性 (近赤外線カット性能等) は若干低下した程度で使用可能な範囲であったが、長期耐

熱（80℃×1000時間）試験後では著しい低下が見られ、使用不能となった。

【0037】

比較例 2

実施例 1 と同組成の塗布液を同条件で塗布後、常圧下 100℃で 30 分間乾燥して近赤外線カット材料としてのフィルムを作製した。塗膜中残存溶媒量は、0.07 重量%であった。この近赤外線カットフィルムは、乾燥時に色素の分解が見られ、近赤外線カット性能等の初期性能そのものが実施例 1 や比較例 1 より著しく劣り、長期耐熱試験を行うに値しないものであった。

【0038】

実施例 2

実施例 1 において、1,3-ジオキソランの代りにジクロロメタンを、ポリカーボネートの代りにポリアリレートをそれぞれ用いて塗布液を調製した。この塗布液を用いて、実施例 1 と同条件にて塗布・乾燥して近赤外線カット材料としてのフィルムを作製した。塗膜中残存溶媒量は、第1段階乾燥後が 2.0 重量%、第2段階乾燥後が 50 重量 ppm であった。

【0039】

この近赤外線カットフィルムは、実施例 1 と同様に近赤外線カット性能等の初期性能が良好で、長期安定性も極めて良好であった。具体的には、長期耐熱（80℃×1000時間）試験後でも、樹脂塗膜の分光特性（近赤外線カット性能等）は不変であった。

【0040】

実施例 3

実施例 2 において、ポリアリレートの代りにポリメタクリル酸メチルを用いて塗布液を調製した。この塗布液を用いて、実施例 1、実施例 2 と同条件にて塗布・乾燥して近赤外線カット材料としてのフィルムを作製した。塗膜中残存溶媒量は、第1段階乾燥後が 2.0 重量%、第2段階乾燥後が 50 重量 ppm であった。

【0041】

この近赤外線カットフィルムは、実施例 1、実施例 2 と同様に近赤外線カット性能等の初期性能が良好で、長期安定性も極めて良好であった。具体的には、長期耐熱（80℃×1000時間）試験後でも、樹脂塗膜の分光特性（近赤外線カット性能等）は不変であった。

【 0 0 4 2 】

比較例 3

実施例 3 と同組成の塗布液を同条件で塗布後、常圧下 80℃で 30 分間乾燥して近赤外線カット材料としてのフィルムを作製した。塗膜中残存溶媒量は、0.09 重量%であった。この近赤外線カットフィルムは、近赤外線カット性能等の初期性能は実施例 3 と同様に良好であったが、安定性は低かった。具体的には、中期耐熱（80℃×500時間）試験後に樹脂塗膜の分光特性（近赤外線カット性能等）は著しい低下が見られ、使用不能となった。

【 0 0 4 3 】

【発明の効果】

以上のように、本発明では近赤外線吸収色素等を含有する透明樹脂塗膜等の中の残存溶媒量を極少に制御する、具体的には 10 重量 ppm 以上且つ 500 重量 ppm 未満とすることで、高温下における透明樹脂塗膜等中の近赤外線吸収色素等の長期安定性が著しく向上し、例えば、長期耐熱（80℃×1000時間）試験後でも、透明樹脂塗膜等の分光特性（近赤外線カット性能等）は不変であった。

【 0 0 4 4 】

一方、残存溶媒量が上記範囲を超える透明樹脂塗膜の場合、分光特性が徐々に低下し、その変化量は 500 時間後では許容範囲であったが、1000 時間後では許容範囲を超え、前面フィルターとして使用不能となり、又、1000 時間後の色相も大幅に変化した。

【 0 0 4 5 】

又、上記のように透明樹脂塗膜等の中の溶剤残存量を制御することで、これまでは長期安定性の点で使用不能であった色素が使用可能となり、色素／樹脂の組合せ等を選定する上で選択肢が大幅に広がり、これにより、近赤外線カット材料

の分光スペクトル設計の自由度は著しく向上した。これは、豊富な品揃えを図る上で極めて有利である。

【 0 0 4 6 】

更に、常圧乾燥（第 1 段階）後に減圧乾燥（第 2 段階）することで、従来の乾燥時（第 2 段階も常圧乾燥する場合）には沸点の点で使用不能であった高沸点溶媒が使用可能となり、透明樹脂溶液を構成する色素／樹脂／溶媒の組合せ等を選定する上で選択肢が大幅に広がった。これにより、特に高沸点溶媒を用いた場合、透明樹脂溶液の濃度管理や粘度管理が容易となり、その結果として塗布条件や塗膜厚の管理も容易となった。

【 0 0 4 7 】

更に又、これまでは、透明樹脂溶液のポットライフの点で、その調製から塗布終了までの時間が短く制約されることも少なくなかったが、色素／樹脂／溶媒の組合せの選択肢が大幅に広がったことで、ポットライフが極めて長い透明樹脂溶液も調製可能となり、これによりポットライフが過ぎて透明樹脂溶液が使用不能となることをなくしたり、一度に大量に調製する（造り溜めする）等が可能となり、透明樹脂溶液の利用効率や調製・塗布の作業効率等が格段に向上した。

【 0 0 4 8 】

又、これまでは上記のようにポットライフが短いという理由で、塗布長さや塗布液を調製する場所までが制約されることも少なくなかったが、これらの制約もなくなり、大幅なコストダウンを図る上で極めて有利となった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

従来技術の難点を解消し、近赤外線吸収色素等を含有する樹脂塗膜中の残存溶媒量を極少に制御することにより、高温下における前記樹脂塗膜中の近赤外線吸収色素等の長期安定性を大幅に改良した近赤外線カット材料及びその製造方法を提供する。

【解決手段】

本発明が採用した近赤外線カット材料は、透明基材上に、少なくとも近赤外線吸収色素と 5 5 0 ～ 6 2 0 n m に極大吸収波長を有する色素とを含有する透明樹脂塗膜を積層してなると共に、前記透明樹脂塗膜中の残存溶媒量が、5 重量 p p m 以上且つ 5 0 0 重量 p p m 未満であることを特徴とする。

【選択図】 なし

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 1 - 0 7 1 7 4 7
受付番号	5 0 1 0 0 3 6 1 1 7 7
書類名	特許願
担当官	第三担当上席 0 0 9 2
作成日	平成 1 3 年 3 月 2 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【特許出願人】

【識別番号】	000004374
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋人形町 2 丁目 3 1 番 1 1 号
【氏名又は名称】	日清紡績株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100091247
【住所又は居所】	東京都新宿区神楽坂 4 丁目 3 番地 煉瓦塔ビル 5 階 小林・吉村特許事務所

【氏名又は名称】	小林 雅人
----------	-------

【代理人】

【識別番号】	100091258
【住所又は居所】	東京都新宿区神楽坂 4 丁目 3 番地 煉瓦塔ビル 5 階 小林・吉村特許事務所

【氏名又は名称】	吉村 直樹
----------	-------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004374]

1. 変更年月日 1993年 3月30日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都中央区日本橋人形町2丁目31番11号

氏 名 日清紡績株式会社